



**Universidad
Andrés Bello®**

UNIVERSIDAD ANDRÉS BELLO

Facultad De Odontología Viña del Mar

Departamento Odontología Restauradora

**“RESISTENCIA ADHESIVA AL CIZALLAMIENTO DE DIFERENTES
PRIMERS CERÁMICOS A ÓXIDO DE ZIRCONIO”**

Trabajo de investigación para optar al título de Cirujano Dentista

Autores: Lic. Mauricio Caballero Saavedra

Lic. Adrián Pulgar Silva

Profesor Tutor: Dr. Abelardo Báez R.

VIÑA DEL MAR- CHILE

2016

AGRADECIMIENTOS

Nuestros más sinceros agradecimientos a nuestro tutor de tesis Dr. Abelardo Báez por su disposición, dedicación, conocimientos y orientación durante este trabajo de investigación.

A Dr. Alfredo Cueto por su buena voluntad al momento de resolver las dudas con respecto a la metodología de esta investigación.

A don Rubén Román por su colaboración y guía durante todo el proceso. Además de su siempre grata disposición a facilitar los elementos necesarios para esta investigación.

A Pablo Pinto, encargado del laboratorio de biomateriales, quien siempre estuvo dispuesto a colaborar durante la preparación de materiales y recolección de los datos.

Por último, a nuestras familias por su apoyo constante e incondicional desde los primeros años de vida y sin lugar a duda, aun presentes en estos duros años de carrera universitaria. En forma particular, yo, Adrián Pulgar, quisiera agradecer a mi abuelita y mi padre que los perdí durante mi formación académica, sin ellos y mi madre no podría haber estudiado esta hermosa profesión.

RESUMEN

Varios primers adhesivos con monómeros fosfatados en su estructura química pueden ser usados para unir resina/cemento resinoso a la cerámica de dióxido de zirconio.

Este estudio evaluó la resistencia adhesiva en Megapascals de diferentes primers cerámicos al zirconio mediante la prueba de cizallamiento. Se trataron 56 cuerpos de prueba, divididos en 4 grupos (n= 14) de la siguiente manera: Grupo I (ZPP): arenado más Z prime plus; Grupo II (CFC): arenado más Clearfil Ceramic Primer; Grupo III (MBN): arenado más Monobond N y Grupo IV (SP): arenado. A cada cuerpo de prueba se le adhirió un botón de resina flow ENA HRi y se almacenaron en agua destilada a temperatura ambiente por 24 hrs, posterior a esto se realizó la prueba de cizallamiento.

Los valores más altos de resistencia adhesiva se observaron en los grupos I (ZPP) y III (MBN), los valores de resistencia adhesiva más bajos en el grupo II (CFC).

El uso de diferentes primers cerámicos que contienen monómeros organofosfatados o monómeros de ácido carboxílico, combinado con arenado es un método eficaz para la adhesión resinosa a cerámicas de zirconio.

ÍNDICE

	Págs.
I. Introducción.....	5
II. Marco Teórico.....	7
1. Zirconio como material en Odontología.....	7
1.1 Fases cristalinas de ZrO 2.....	8
2. Tratamiento de superficie y adhesión de ZrO2.....	11
2.1 Arenado.....	13
2.2 Primers o imprimadores cerámicos.....	17
2.3 Primers metálicos.....	23
3. Cizallamiento como prueba para resistencia adhesiva.....	24
III. Objetivos.....	27
IV. Hipótesis.....	28
V. Materiales y métodos.....	29
VI. Resultados.....	42
VII. Discusión.....	49
VIII. Conclusión.....	55
IX. Bibliografía.....	57
X. Anexos.....	65

I. INTRODUCCIÓN

El aumento de la exigencia en estética y naturalidad por parte del desarrollo tecnológico y de los pacientes, ha impulsado el avance de materiales que asemejen de mejor forma la estructura dentaria, manteniendo o mejorando las propiedades mecánicas y biológicas de los materiales convencionales. Uno de estos materiales corresponde a la cerámica de dióxido de zirconio (ZrO_2).

Podemos encontrar una variedad de composiciones, que ayudan a estabilizar su estructura molecular. Es aquí donde se clasifica la cerámica de dióxido de zirconio reforzada con cristales de itrio de estructura tetragonal cristalina (Y-TZP). Esta cerámica, gracias a sus propiedades mecánicas y biocompatibilidad, ha sido utilizada como una alternativa confiable a las técnicas convencionales que involucran estructuras metálicas, en las más diversas indicaciones (1).

A pesar de sus ventajas, la cementación se ha vuelto un tema de conflicto, debido a la ausencia de fase vítrea, es imposible lograr rugosidades superficiales mediante el grabado ácido con ácido fluorhídrico, problema que ha limitado su uso (2) y ha generado un desafío en los últimos años por encontrar el mejor protocolo que genere una unión adhesiva confiable al zirconio. En la literatura, se han postulado una amplia variedad de protocolos, de estos, la mayoría concuerda en que para lograr una adecuada adhesión, es necesario que los

protocolos incluyan un pre-tratamiento físico y un tratamiento químico de superficie (3).

La presencia de monómeros de ácido fosfatado, específicamente el MDP (10- metacriloxydecil dihidrógeno fosfato), han demostrado consistentemente su capacidad para generar una adhesión confiable sobre superficies arenadas, por sobre otros protocolos que incluyen la silicatización y silanización (1).

Sin embargo, la patente sobre la producción del MDP, propiedad de la empresa Kuraray durante 10 años, ha caducado en 2011 (4). Desde entonces, muchas empresas han incorporado MDP en varios productos de unión y de cementación, como primers, adhesivos y resinas, en diferentes concentraciones, protocolos de fabricación y solventes utilizados.

Este estudio pretende comparar las resistencias adhesivas al cizallamiento de distintos agentes imprimantes con monómeros fosfatados en su composición, y con ello, orientar al clínico en la selección de los mejores productos para lograr una cementación adecuada, lo cual es uno de los factores claves a la hora de evaluar la longevidad de las restauraciones en boca (1).

II. MARCO TEÓRICO

1. ZIRCONIO COMO MATERIAL EN ODONTOLOGÍA

El Zirconio o Circonio (Zr), corresponde al elemento número 40 más abundante en nuestra tierra, posee un número atómico de 40 (40 protones y 40 electrones), con una masa atómica de 91. En la naturaleza forma parte principalmente de 2 cristales: Zircón y Badeleyita. El Zircón se encuentra en mayor cantidad que la Badeleyita y corresponde a Silicato de Zirconio (ZrSiO_4), y por su parte la Badeleyita a óxido de zirconio (ZrO_2). El primero, por ser de mayor abundancia es más usado para la obtención de materiales (5).

Durante 1789 se identificó como óxido de zirconio por el químico alemán Martin Heinrich Klaproth. Este material, ofrece baja conductividad térmica, bajo potencial de corrosión, buen contraste radiográfico, biocompatibilidad, estética y propiedades mecánicas sobresalientes como alta resistencia flexural y estabilidad química (6).

El óxido de zirconio (ZrO_2) ha sido el material de elección para tratamientos protésicos en donde se desee asociar la resistencia mecánica con la estética. Además el zirconio no promueve reacciones inflamatorias o alérgicas, es por esta biocompatibilidad y sus propiedades físico mecánicas que a menudo es utilizado en clínica como alternativa a metales (7).

1.1 Fases cristalinas de ZrO_2

El óxido de zirconio (ZrO_2) es un material polimórfico que se presenta en tres fases cristalinas dependientes de temperatura a presión atmosférica y en estado natural: Monoclínico, Tetragonal y Cúbico (ver imagen n°1). Se comporta como fase monoclínica desde temperatura ambiente hasta 1170°C , en donde el comportamiento mecánico es reducido, teniendo una baja cohesión entre sus partículas. Por encima de esta temperatura desde $1.170\text{-}2.370^\circ\text{C}$, se transforma en fase tetragonal. Sobre 2370°C a punto de fusión (2700°C) encontraremos la fase cúbica, que es estable solamente a temperaturas muy altas (6)(8).

Las fases tetragonal y cúbica pueden ser estabilizadas a temperatura ambiente, dependiendo de dos factores: concentración del estabilizador añadido y tamaño de la partícula de óxido de circonio. El estabilizador se ha incorporado para evitar que se produzca un aumento de volumen de hasta un 5% desde las fases tetragonal o cúbica a monoclínica, lo que provocaría el fracaso del material (5).

En 1972, se descubrió que era posible estabilizar el zirconio manteniendo la fase tetragonal a temperatura ambiente, gracias a la inclusión de una pequeña

cantidad de óxidos tales como óxido de calcio (CaO), óxido de magnesio (MgO), óxido de lantano (La_2O_3), óxido de itrio (Y_2O_3) y óxido de cerio (CeO_2).

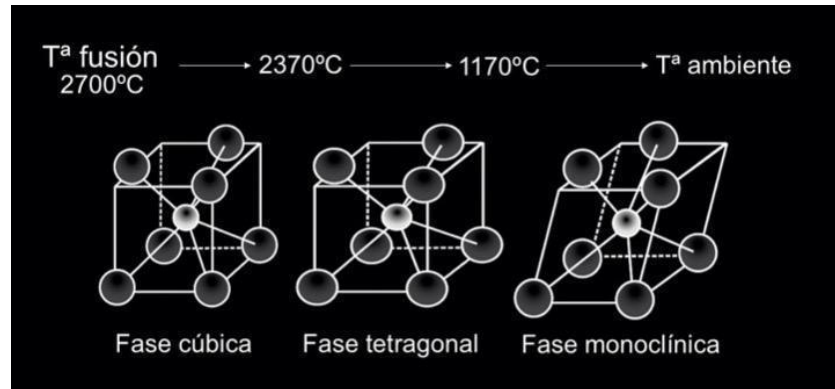


Imagen n° 1. Fases Cristalinas del óxido de circonio (5)

La forma de estabilizador más usada, es la cerámica Y-TZP (zirconio parcialmente estabilizado con itrio), que son denominadas inteligentes (Smart ceramic) por la cualidad de modificar su microestructura en presencia de una carga o tensión, dificultando la propagación de posibles fracturas, siendo el responsable de la alta resistencia a la flexión de esta cerámica que se ubica en un rango de 900 a 1.200 MPa., fenómeno llamado endurecimiento por transformación (cambio de resistencia). Durante un estímulo mecánico, como por ejemplo un estrés tensil o inicio de fisura, aumenta su volumen aproximadamente en un 4% a 4.5%. Este aumento de volumen bloquea el inicio de la fisura y la propagación de esta (6)(8).

La transformación de fase se produce sólo de manera local, es decir, en los cristales que rodean la fisura, aumentando de volumen y generando fuerzas

compresivas sobre la grieta, con el fin de evitar su propagación. Si este fenómeno se extendiera a lo largo de toda la estructura, provocaría el fracaso por no haber más grietas hacia las que expandirse (5).

Las propiedades mecánicas mejoradas del zirconio son importantes para el rendimiento a largo plazo de este material, sin embargo, el éxito clínico parece ser fuertemente dependiente del procedimiento de cementación (9).

La selección del cemento es el factor más importante para la adhesión de la cerámica de óxido de zirconio. Para lograr una unión más duradera del zirconio los cementos de curado dual son la mejor opción (10)

Restauraciones de óxido de zirconio pueden lograr una unión a la estructura dentaria mediante cementos convencionales y cementos de resina. Sin embargo, son los cementos de resina preferidos por sobre los convencionales, porque poseen las ventajas del sellado marginal, buena retención y mejora la resistencia a la fractura (9).

2. TRATAMIENTO DE SUPERFICIE Y ADHESIÓN DE ZrO_2

Desafortunadamente los tratamientos de superficie mediante grabado ácido y silanización sobre la cerámica de óxido no son efectivos, esto se debe a que estas cerámicas sólo presentan fase cristalina y también a su naturaleza relativamente inerte en la que su superficie tiene baja reactividad. Por lo tanto, el acondicionamiento de cerámicas ricas en sílice, que favorece la unión de la cerámica con el agente cementante para lograr una unión física micromecánica, similar a los patrones de grabado del esmalte (con ácido fosfórico), no es factible. Por esto, para conseguir una adhesión aceptable entre sílica libre y zirconio se requiere de otros métodos de abrasión mecánicos o químicos para aumentar la superficie.

Se han propuesto diversos procedimientos para lograr una unión aceptable y duradera entre diente- restauración (6):

Rugosidad de superficie:

1. Arenado con partículas de óxido de aluminio (Al_2O_3)
2. Silicatización o arenado triboquímico (Rocatec, Cojet)
3. Perlas de Porcelana de baja fusión
4. Spray de plasma (Hexametil- disiloxano)

Activación química de la superficie

1. Silanización
2. Acrilizado
3. Vaporización con tetracloruro de silicio
4. Organosilanos
5. Cementos y silanos con MDP

Lo anterior puede traer consecuencias negativas si el clínico no maneja información de la composición de los materiales dentales con los que está trabajando, ya que en odontología restauradora, las técnicas son sensibles, siendo perjudicial el inadecuado manejo de un material.

Hoy en día, los métodos más utilizados para la unión a estructuras de zirconio implican el uso de arenado con partículas de óxido de aluminio en conjunto con monómeros fosfatados, tales como MDP (10 metacriloiloxidecilo dihidrógeno fosfato), o un éster de ácido fosfórico metacrilado. Otros métodos implican el uso de silicatización o recubrimiento triboquímico junto con la posterior silanización.

2.1 Arenado:

El tratamiento de superficie mediante este procedimiento es controversial. El arenado o abrasión mediante partículas de aire puede ser realizado con partículas de óxido aluminio (Al_2O_3).

a. Arenado con partículas de óxido de aluminio (Al_2O_3):

La abrasión con partículas de óxido de aluminio es una técnica para crear rugosidades en la superficie de la cerámica que podrían facilitar la unión micromecánica entre el óxido de circonio y resina, además de ser un método eficiente para la limpieza de la superficie contaminada por saliva o materiales de impresión (4). Al aumentar el área de superficie, energía superficial y la capacidad de humectación, permite que el primer y/o cemento resinoso fluyan hacia la superficie de la cerámica (9). También, se ha visto que la abrasión de aire puede generar grupos hidroxilo en la superficie de Y-TZP, facilitando la reacción química con monómeros fosfatados (11).

En un estudio realizado por Yang, et al. se observó que la superficie de óxido de zirconio sin arenar, no produjo una unión adhesiva estable del cemento a largo plazo, no obstante el uso de primers. Esto se puede deber, a la lisura de la superficie de zirconio, en que a pesar de haber uniones químicas en la

superficie de la cerámica con el cemento, son uniones no resistentes a la hidrólisis y la resistencia adhesiva cae a cero (12).

Además de las ventajas que tiene este procedimiento como la mejora de la fuerza de la conexión entre zirconio y cemento, también tendría un impacto negativo, dañando la estructura superficial del material, formación de grietas, micro-grietas (13)(14). Pudiendo reducir la resistencia a la fractura de la cerámica, comprometiendo la estabilidad a largo plazo.

Sin embargo, la rugosidad superficial de la cerámica Y-TZP, creada por las partículas de óxido de aluminio conduce a la transformación de tetragonal a fase monoclinica con el consiguiente aumento de volumen. Esta transformación de fase por lo general se acompaña de un aumento de resistencia a la flexión (15).

Algunos estudios han informado que la abrasión con partículas de alúmina (50 μm) induce daños en la superficie que debilita la cerámica en aproximadamente un 25% después de cargas cíclicas de fatiga (4).

Sin embargo, el arenado ha mostrado una mejora significativa en la adhesión, cuando se asocia con cementos resinosos a base de MDP (16).

b. Arenado con partículas de aluminio recubiertas con sílice (Silicatización)

Este tratamiento es realizado previo a la silanización, dejando sílice impregnado en la superficie de la cerámica. Estas partículas de Al_2O_3 recubiertas con sílice se incrustan en la superficie de la cerámica mediante una alta velocidad con el objetivo de modificar la superficie (17).

El tratamiento de silicatización con partículas de 30-110 μm fortalece y además activa químicamente la superficie del zirconio, haciéndolo más receptivo a uniones químicas vía agentes de enganche de silano (10).

El impacto de las partículas recubiertas de sílice da como resultado la creación de una capa de sílice en la superficie de óxido de circonio, lo que hace a la superficie cristalina de la cerámica más propensa a la silanización y cementación adhesiva. La aplicación posterior de silano mejora la resistencia de la unión (18).

La combinación de silicatización en conjunto con MDP puede producir una fuerza de adhesión inicial razonable, sin embargo, luego del envejecimiento artificial se ha observado que la resistencia puede ser improbable, aumentando o decayendo (19).

Este tratamiento de superficie presenta buenos resultados inmediatos, especialmente cuando se combina con silanos, formando enlaces de siloxanos con el silano proveniente de la silanización. A pesar de establecer una unión química/micromecánica el enlace siloxano es sensible a la degradación hidrolítica, perjudicando la adhesión (13).

En contraparte a sus ventajas Kern, et al. demostraron que partículas de sílice de la silicatización no están firmemente unidas a la superficie del zirconio, generando un enlace débil para la unión, por lo tanto, la silicatización seguida de la silanización no se recomienda como método general y duradero para generar unión entre cerámica-cemento-diente (19). También se ha demostrado que la superficie de óxido de zirconio luego de la silicatización tendría poco sílice para la adherencia de larga duración, no dando una estabilidad prolongada del enlace Zr-O-Si (13).

Además se ha visto que el recubrimiento de sílice, puede crear una capa de sílice demasiada gruesa, no homogénea o una capa de sílice no estable (20).

2.2 Primers o imprimadores cerámicos

Actualmente la industria odontológica ha desarrollado una serie de materiales dentales emergentes que favorecen la adhesión de cerámicas pobres en sílice, la mayoría implican el uso de monómeros adhesivos que pueden estar presentes en primers y/o cementos como: MDP (10- metacriloxidecil dihidrógeno fosfato), 4-META (4-metacriloxietil trimelitato anhídrido), MEPS (metacrilato tiofosfórico), acoplador de zirconato, BPDM.

La literatura nos señala que hay dos tipos de primers para zirconio, los que son exclusivos para zirconio (Z Prime de BISCO, AZ Primer de Shofu) y otros que se pueden denominar primers universales, ya que sirven para cualquier tipo de cerámica (ClearFil Ceramic Primer de Kuraray, Monobond Plus de Ivoclar Vivadent) (5) (ver imagen n°2).



Imagen n°2. Presentaciones de diferentes primers cerámicos

Primers basados en Silano (γ-metacriloxipropiltrimetoxi-silano) son capaces de unirse tanto a superficies inorgánicas y orgánicas, su uso ha demostrado aumentar la fuerza de vínculo entre cementos de resina y cerámica de óxido de circonio después del tratamiento de superficie mecánico con partículas abrasivas (18). Los agentes de acoplamiento de silano pueden reducir la tensión superficial de un sustrato, lo que resulta en una energía superficial más alta que promueve una adecuada unión. Por lo tanto, una resina hidrofóbica puede adherirse a las superficies hidrófilas, como sílica o cerámicas de vidrio. Por otra parte, el carácter híbrido de la molécula de agente de acoplamiento de silano, que contiene grupos inorgánicos / orgánicos bifuncionales, es responsable de su capacidad de formar enlaces covalentes con la cerámica de óxido de circonio mediante la formación de grupos silanol (35).

Monómeros órgano-fosfatos contienen grupos funcionales polimerizables que a base de metacrilato pueden co polimerizar con la matriz de diversas resinas y adhesivos (18). A su vez contienen grupos de ácido fosfórico que pueden vincularse con los óxidos de metal en el sustrato. Otros monómeros, tales como el ácido carboxílico, también ayudan en el desarrollo de la adhesión (21).

Cementos que contienen monómeros de metacrilato fosforilados pueden interactuar químicamente con una capa de dióxido de circonio que se deposita

pasivamente sobre la superficie de la cerámica, con dos grupos fosfato y al menos dos átomos de carbono con doble enlace (22).

Uno de los materiales que más se ha desarrollado y masificado es el MDP (10- metacriloxidecil dihidrógeno fosfato). Este monómero tiene la misma estructura química básica que cualquier cebador, es decir, M-R-X, donde M representa un grupo metacrililo y su papel es el de copolimerizar con matriz de resina, R es una cadena de longitud de hidrocarburos diferentes con la función de espaciador y X es un grupo de fosfato ácido cuya propiedad es unirse directamente con óxidos metálicos (17), estableciendo enlaces entre Zr-O-P (ver imagen n°3).

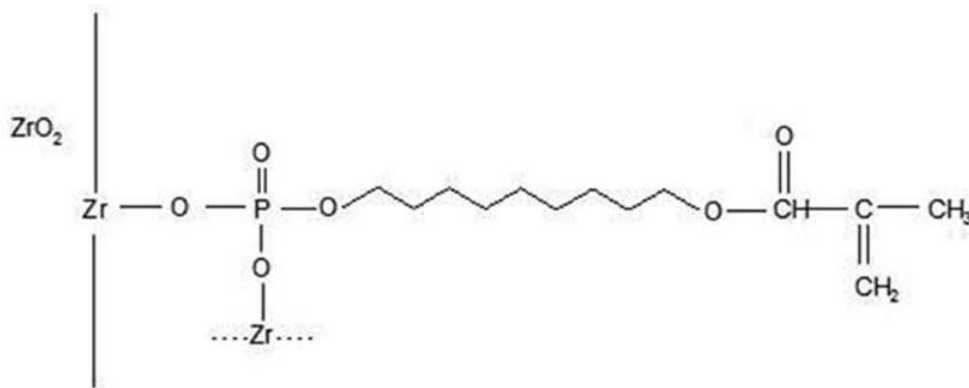


Imagen n° 3: Enlace covalente que se produce entre la unión de monómero MDP con cerámica Y-TZP
(13)

El óxido de circonio puede reaccionar con monómeros de éster de fosfato, que es la razón por la que primers/cementos que contienen monómeros fosfatados pueden mejorar la unión cemento de resina a óxido de circonio,

mediante enlaces covalentes. El grupo éster fosfato del monómero adhesivo MDP, se une directamente a los óxidos metálicos, lo que sugiere una unión química entre el MDP y los óxidos de alúmina y zirconio (6).

Diferentes fabricantes de cerámicas de zirconio como ZirCAD (Dentsply), Zirox (Wieland), Procera Crown Zirconia (Nobel Biocare), Ceramill (Amann Girrbach), Lava (3M Espe), inCoris (Sirona) y inVizion (Vita), indican el arenado de la restauración de zirconio con partículas de Al_2O_3 de 50-110 μm a diferentes presiones (1-2,8 bar). Además, indican el uso de imprimación o cemento adhesivo con monómero MDP. La única excepción es 3M ESPE, que sugiere la silicatización con partículas de Al_2O_3 recubiertas por sílice de 110 μm , con el fin de mejorar la unión entre un cemento de resina sin MDP a la superficie de óxido de zirconio (17).

Un gran número de estudios informan que los agentes de imprimación con monómeros de fosfato mejoran la resistencia de la unión de óxido de zirconio previamente tratado con arenado. Merve y cols demostraron que MBP, el cual contiene monómeros de metacrilato 3- (trimetoxisilil) propil (3-MPS), sulfuro de metacrilato y éster de ácido fosfórico metacrilado, dio uniones de alta resistencia, concordando con Attia y cols., que informaron que MBP combinado con silicatización mantiene la unión de resina a zirconio después de un almacenamiento de 30 días en agua y en ciclos térmicos (9).

El tratamiento de arenado con partículas de aluminio de 125 μm en conjunto con un tratamiento químico, como es el caso de primers fosfatados mejoran significativamente la resistencia de unión a óxido de zirconio, en contraparte, arenado con partículas de aluminio de 50 μm sin tratamiento químico es controversial. Altos valores de fuerza adhesiva se han obtenido luego de la aplicación de un primer que contiene MDP, en combinación con un material resinoso que también contiene este monómero (4).

Se han podido establecer altos valores de resistencia al usar cementos con MDP. En una revisión bibliográfica se evidenció que casi el 100% de las fallas de adhesión, en la mayor parte de los estudios analizados, fue de tipo cohesiva, sin embargo, con el tiempo, se vio una disminución, planteándose dos hipótesis, o la resina era muy viscosa o la concentración de MDP fue muy baja (4).

El empleo de un primer que contiene MDP puede no ser esencial cuando se utiliza MDP en el agente cementante. Además, no es necesario MDP en el agente cementante si ya se encuentra en el primer (13).

Además del MDP existen otros agentes adhesivos capaces de generar interacciones químicas con la superficie del zirconio, estos son los monómeros de ácido carboxílico o Biphenyl dimethacrylate (BPMD).

El BPMD coopera en la generación de enlaces con el zirconio, mediante 3 grupos funcionales de tipo hidroxilo que poseen afinidad química a la superficie del zirconio, permitiendo hasta 3 enlaces simultáneos. Ver imagen nº4 (15).

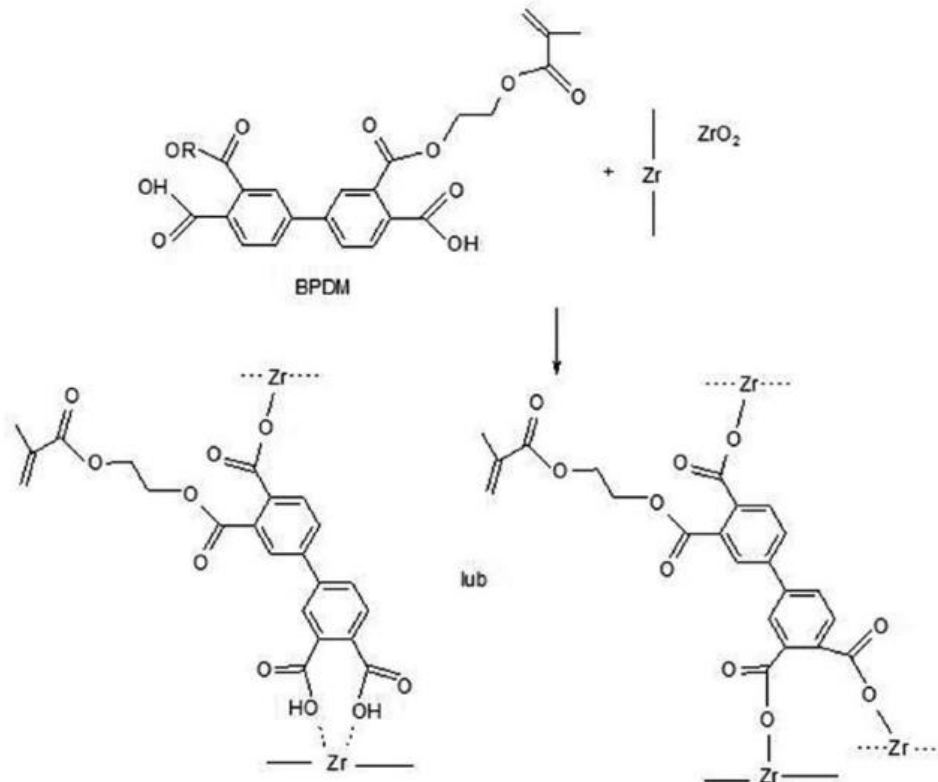


Imagen nº4. Tipos de enlaces posibles entre el BPMD y la superficie del Zirconio (13).

2.3 Primers Metálicos

Este tipo de primers se ha planteado como alternativa al uso de primers cerámicos, basándose en que el óxido de zirconio es un metal no noble. La unión química a los óxidos metálicos de aleaciones no nobles se ha tratado de conseguir con MDP (10- metacriloxidecil dihidrógeno fosfato), 4-META (4- metacriloxietil trimelitato anhídrido) (5) (ver imagen n°5).

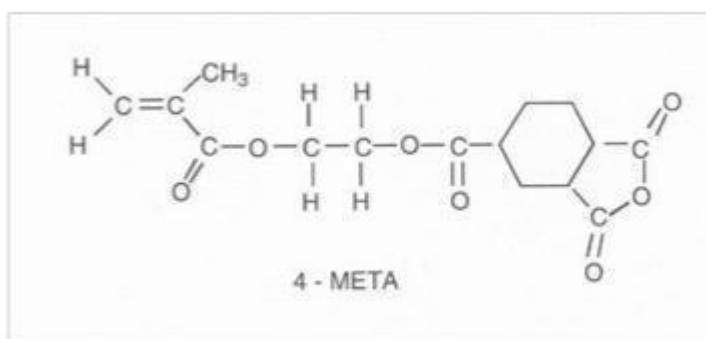


Imagen n° 5. Molécula de 4-META (5)

El primer para unirse al óxido de zirconio debe poseer en su composición grupos fosfatos, independiente si tiene o no grupos sulfuros. Se ha demostrado que primers metálicos con grupos fosfatos y con o sin grupos sulfuros mejoran de forma clara la fuerza de adhesión al óxido de zirconio. De hecho, al comparar la eficacia de la adhesión primers metálicos con primers cerámicos los resultados son similares (5).

Enlaces químicos se pueden lograr en la superficie de la cerámica de óxido zirconio, a través de grupos hidroxilos en su superficie. Grupos hidroxilos de 4-META o grupos hidrógeno MDP juegan un rol de acoplamiento en la unión a óxido de zirconio (7).

3. CIZALLAMIENTO (SBS) COMO PRUEBA PARA RESISTENCIA ADHESIVA

La medición de la resistencia de unión es uno de los métodos más comunes para evaluar las propiedades adhesivas de materiales restauradores. Varios métodos mecánicos, tales como la tracción, microtracción, flexión, cizalla, se han utilizado para evaluar unión a sustrato dental (23).

Antes de mencionar el cizallamiento como prueba de resistencia adhesiva es importante recalcar tres conceptos, los cuales son la falla adhesiva, falla cohesiva y falla mixta.

a. Falla Cohesiva:

Se define como falla Cohesiva a la falla dentro de un cuerpo A o dentro de un cuerpo B. Como por ejemplo entre la unión de resina con cerámica, la falla se podría dar dentro de la resina o dentro de la cerámica.

b. Falla Adhesiva:

Se define como falla Adhesiva al defecto que se da en la interfase entre un cuerpo y el adhesivo.

c. Falla mixta:

Se define como falla mixta al conjunto de fallas tanto adhesivas como cohesivas dentro de un mismo cuerpo.

Los datos obtenidos de pruebas de resistencia adhesiva dependen de varios factores, como: la geometría de la muestra, tamaño del área de superficie unida, tipo de material, las condiciones de carga, la variabilidad de operación. Todos los factores mencionados tienen una influencia significativa en los datos obtenidos. Es por esto que los datos de resistencia adhesiva en el mundo varían sustancialmente entre diferentes estudios (24).

Cada uno de los métodos tiene el fin de generar una tensión por medio de una carga hasta producir el fracaso. La zona que más estrés debiese recibir corresponde a la interfase entre dos cuerpos, pero algunas pruebas de cizallamiento han sido criticadas por su generación de estrés no homogénea en la interfase, llevando a una mala estimación o interpretación de datos (25).

La distribución del estrés no homogéneo a lo largo de la interfaz, a menudo conduce al fracaso cohesivo en el sustrato más que al fracaso adhesivo (23).

En contraparte, las pruebas de microtracción permiten una mejor alineación de las muestras y una distribución más homogénea de la tensión, además de una comparación más sensible en la evaluación de la fuerza adhesiva (25). Sin embargo, algunos autores sostienen que el método SBS presenta una ventaja significativa sobre la microtracción, ya que la muestra de SBS no está pretensado antes de la prueba (23).

El test de cizallamiento (SBS) se utiliza para pruebas de áreas pequeñas, lo que permite un mapeo regional preciso de la superficie de interés. Este método permite la preparación de muestras sencillas y da resultados precisos con desviaciones estándar relativamente bajas. En SBS el recorte de la muestra es un paso indispensable, en especial al hacer muestras de tamaño pequeño que pueden causar fácilmente micro-grietas en materiales frágiles como el esmalte o la cerámica (24).

Valandro, et al. no observaron fallas cohesivas en los sustratos después de la prueba de cizallamiento. Sin embargo, se dieron fallas mixtas en pruebas de microtracción, tanto en sustrato como resina. Por lo tanto, la cerámica de zirconio al ser un material resistente y duro tiene la ventaja de no fallar cohesivamente cuando se somete a fuerzas de cizallamiento (25).

III. OBJETIVOS

Objetivo general:

- Comparar resistencias adhesivas de los primers cerámicos a la superficie de óxido de zirconio ante fuerzas de cizallamiento.

Objetivos Específicos:

- Determinar los valores de fuerza adhesiva en MPa ante fuerzas de cizallamiento entre el sustrato cerámico de óxido de zirconio tratado con partículas de óxido de aluminio de 110 μm y los diferentes primers cerámicos (Z Prime Plus, BISCO; Clearfil Ceramic Primer, Kuraray; Monobond N, Ivoclar Vivadent; control)
- Comparar los valores medios de fuerza adhesiva en MPa ante fuerzas de cizallamiento entre el sustrato cerámico de óxido de zirconio tratado con partículas de óxido de aluminio de 110 μm y los diferentes primers cerámicos (Z Prime Plus, BISCO; Clearfil Ceramic Primer, Kuraray; Monobond N, Ivoclar Vivadent; control)

IV. Hipótesis de trabajo:

“Los materiales adhesivos con monómeros fosfatados, aumentan la resistencia adhesiva en MPa a restauraciones de óxido de zirconio en cuerpos de prueba al cizallamiento.”.

V. MATERIALES Y MÉTODOS

1. Tipo de estudio:

Estudio experimental aleatorio in vitro

2. Marco muestral:

Se realizaron 4 grupos de estudio con el fin de evaluar la resistencia adhesiva de diferentes primers cerámicos al sustrato de la cerámica de óxido de zirconio frente al cizallamiento. Los procedimientos se llevaron a cabo en el Laboratorio de Bio-odontología de la Facultad de Odontología de la Universidad Andrés Bello, sede Viña del Mar.

a. Cálculo de tamaño muestral

La hipótesis usada en nuestra investigación corresponde a una hipótesis unilateral. El nivel de confianza (Z_α) es de 1,645 y nivel de potencia (Z_β) es de 1,282.

Valor de la varianza (S) es de 3.204 (9) y valor de diferencia significativa a detectar (d) es de 3.

La fórmula del cálculo de tamaño muestral es la siguiente ecuación:

$$n = \frac{2 (Z\alpha + Z\beta)^2 \times S^2}{d^2}$$

Ecuación n° 1. Cálculo de tamaño muestral.

Donde:

n: Tamaño muestral

Z: Nivel de confianza

Z: Nivel de potencia

S: Varianza

d: Diferencia significativa a detectar

Con respecto a la fórmula señalada anteriormente, nuestro “n” es de 14 cuerpos de prueba por grupo, con un total de 56 cuerpos de pruebas.

Los cuerpos de prueba fueron enumerados de 1 a 56, siendo asignados aleatoriamente a los diferentes grupos mediante Software Excel 2013.

3. Variables:

Las variables a analizar en este estudio serán:

- a. Materiales adhesivos con monómeros fosfatados como variable independiente, cualitativa y nominal.

PRODUCTO	MARCA	COMPOSICIÓN
Z Prime Plus (Grupo I: ZPP)	BISCO	<ul style="list-style-type: none"> - Biphenyl dimethacrylate (BPDM). - 10- metacriloxidecil dihidrógeno fosfato (MDP) - Etanol. - HEMA
ClearFil Ceramic Primer (Grupo II: CFC)	KURARAY	<ul style="list-style-type: none"> - 3-metacriloxipropil trimetoxi silano (3- MPS) - MDP - Etanol
Monobond N (Grupo III:MBN)	IVOCLAR VIVADENT	<ul style="list-style-type: none"> - 3-MPS - MDP - Sulfuro Metacrilato - Etanol

Tabla 1. Materiales utilizados en la confección de los cuerpos de prueba para fuerzas de cizalla.

- b. Resistencia adhesiva al cizallamiento en MPa como variable dependiente, cuantitativa y continua.

4. Metodología:

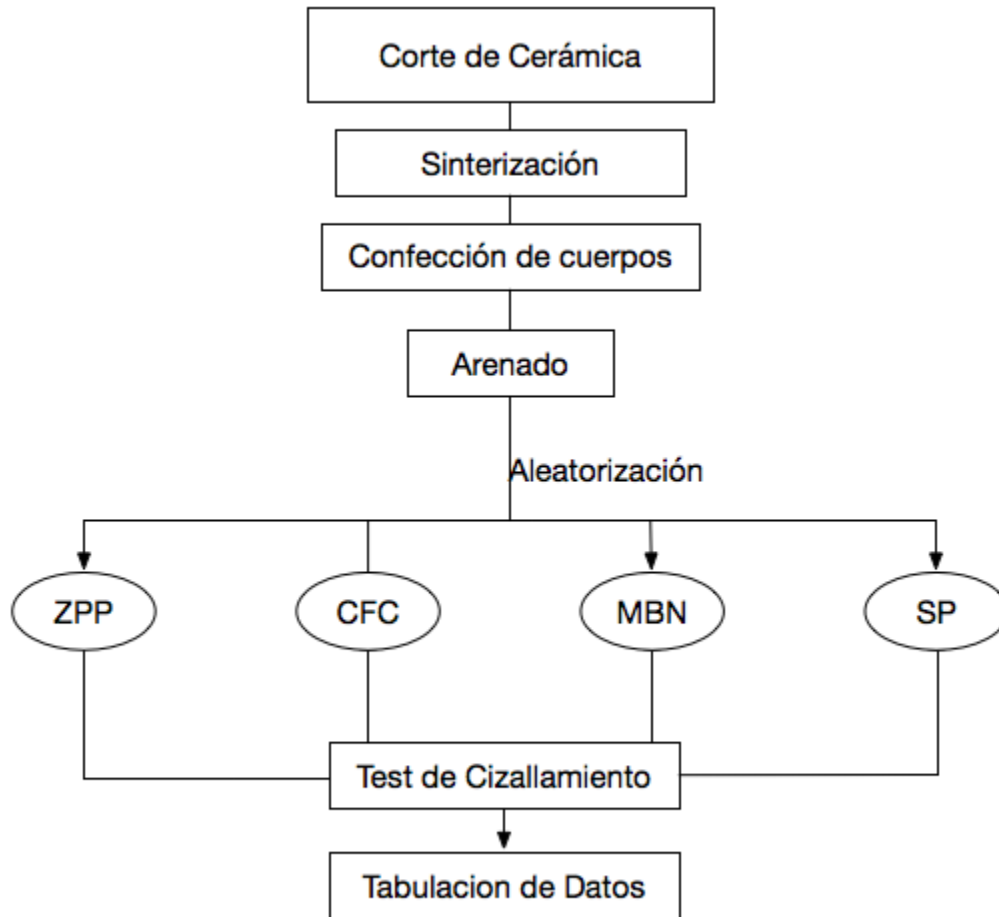
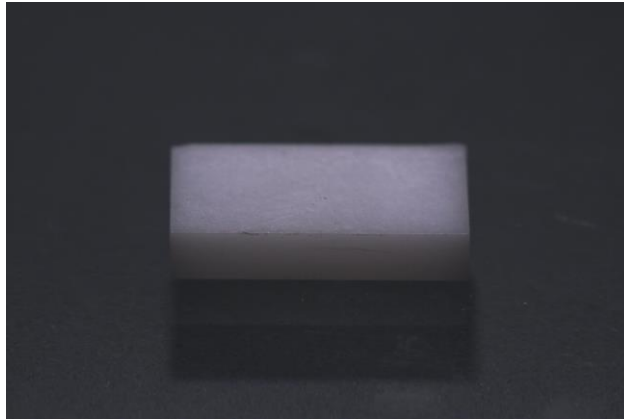


Imagen n° 6. Diagrama de flujo de la preparación de los cuerpos de prueba y los tratamientos químicos de superficie por grupo. Grupo I (ZPP), Grupo II (CFC), Grupo III (MBN), Grupo IV (SP).

a. Corte de cerámica de óxido

La cerámica de óxido de zirconio presinterizado Ceramill zi (Amann Girrbach), se cortó mediante un micrótopo en diferentes trozos con dimensiones de 13mm x 7.5 mm x 2.5 mm, para posterior sinterizado en un horno de alta temperatura (ver imagen n° 7).

Imagen n°7. Zirconio pre sinterizado



b. Sinterización de la cerámica de óxido

La sinterización se realizó en un horno de alta temperatura a 1740°C por 12 horas. Las dimensiones finales de las cerámicas fueron 10 mm +/- 0.4 mm x 5 mm +/- 0.4 mm x 2 mm +/- 0.3 mm. Esto se relaciona con el 20% de contracción producto de la sinterización (6) (ver imagen n°8).



Imagen n°8. Zirconio posterior a la sinterización

c. Confección de cuerpos de pruebas

Cada trozo de zirconio Ceramill zi (Amann Girrbach) fue incluido en acrílico de autocurado al interior de una matriz (ULTRADENT), dejando una cara de zirconio expuesta al medio (ver imagen n°9 y 10).



Imagen n°9 : Trozos de zirconio dentro de matriz, previo llenado con acrílico



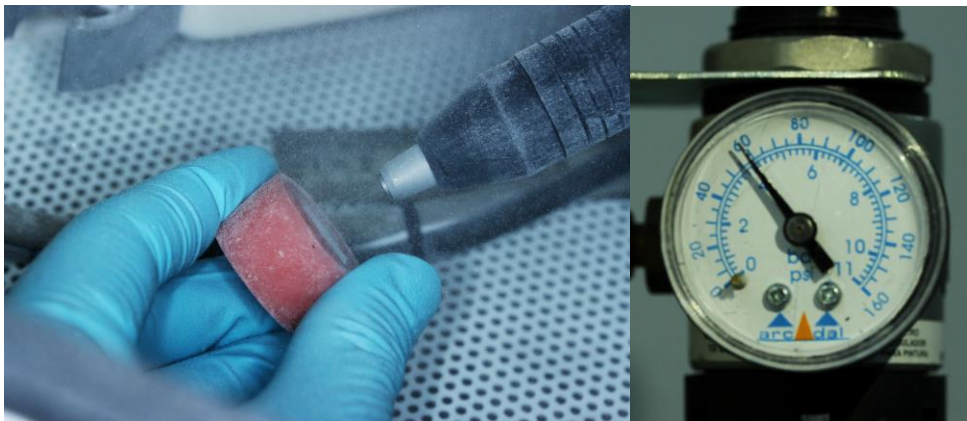
Imagen n°10. Aplicación de acrílico dentro de la matriz.

d. Pulido de la superficie de zirconio

Todos los cuerpos de prueba fueron pulidos en su superficie mediante lija de agua, con el fin de eliminar restos de acrílico que pudiesen haber quedado en la superficie del zirconio.

e. Tratamiento de superficie mecánico de cuerpos de prueba

Todos los cuerpos de prueba fueron sometidos a arenado con partículas de óxido de aluminio (110 μm) a una presión de 4 Bar, a 10 mm de distancia de la superficie del zirconio, durante 15 segundos (Ver imagen 11, a y b).



(a)

(b)

Imagen n° 11. En la imagen “a” se observa el proceso de arenado de la superficie del zirconio con partículas de óxido de aluminio. En la imagen “b” se muestra la presión utilizada (4 Bar).

f. Limpieza de cuerpos de prueba

La superficie de cada bloque se limpió con ácido fosfórico al 37% durante 5 segundos, y se lavó con agua durante 15 segundos (ver imagen n°12a). Posteriormente fueron sometidos a limpieza ultrasónica en agua destilada por 4 min (Ver imagen n°12b).



Imagen n°12a



Imagen n°12b

g. Asignación de cuerpos de prueba

Los cuerpos de prueba fueron asignados aleatoriamente a los diferentes grupos mediante Microsoft Excel 2013.

h. Tratamiento de superficie químico de cuerpos de prueba

Los cuerpos de prueba, como se mencionó anteriormente, fueron divididos en 4 grupos:

- **Grupo I (ZPP):** Este grupo luego del arenado, fue tratado químicamente con el primer Z prime Plus (BISCO). El primer fue aplicado en una capa uniforme sobre la superficie de la cerámica mediante un tip (ver imagen n°13), y posteriormente se secó durante 3 segundos con jeringa triple.
- **Grupo II (CFC):** Este grupo luego del arenado, fue tratado químicamente con Clearfil Ceramic Primer (Kuraray). El primer fue aplicado en una capa uniforme sobre superficie de la cerámica mediante un tip (ver imagen n°13), posteriormente se secó durante 3 segundos con jeringa triple.
- **Grupo III (MBN):** Este grupo luego del arenado, fue tratado químicamente con Monobond N (Ivoclar Vivadent). El primer fue aplicado en una capa uniforme sobre superficie de la cerámica mediante un tip (ver imagen n°13), posteriormente se secó durante 3 segundos con jeringa triple.
- **Grupo IV (SP):** Grupo control. Este grupo no recibió ningún tipo de tratamiento químico luego del arenado con partículas de óxido de aluminio.

Resistencia adhesiva al cizallamiento de diferentes primers cerámicos a óxido de zirconio.

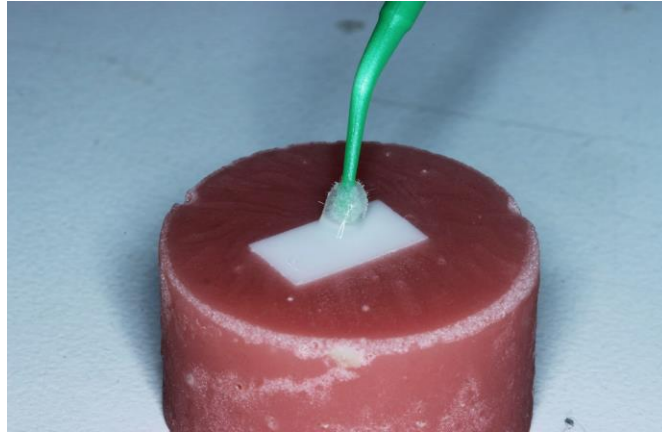


Imagen n°13: Imagen explicativa de la aplicación de primers a la superficie de la cerámica

i. Confección del botón de resina compuesta

A todos los grupos se les incorporó un botón de Resina Flow ENA HRi confeccionado por un conformador ULTRADENT de 2,3 mm de diámetro (ver imagen n°14). Posterior a esto, se dejaron durante 24 horas en agua destilada a una temperatura de 37°C.

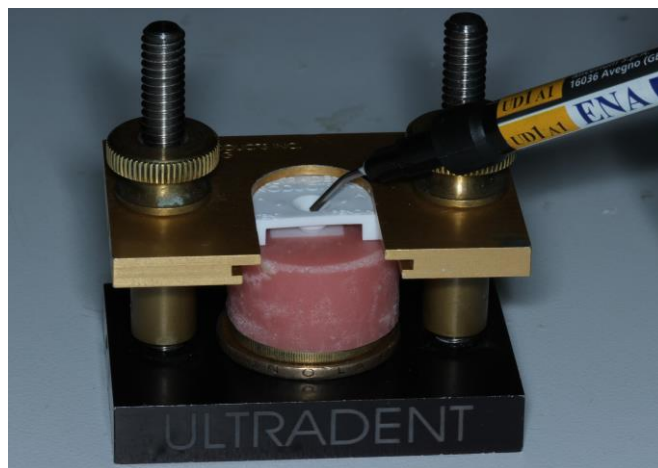


Imagen n°14. Confección de botón de resina mediante resina flow ENA HRi

j. Prueba de cizallamiento.

Luego de 24 horas, los especímenes fueron sometidos a test de cizallamiento (ver imagen n°15) para determinar la resistencia adhesiva en MPa de cada grupo y comparar los resultados. Si bien las fuerzas requeridas para desprender el botón de resina fueron registradas en Newtons, la medición de nuestra variable principal es en Megapascuales (Mpa), por lo tanto, los resultados obtenidos en Newtons durante la prueba fueron convertidos a MPa mediante el cuociente entre el valor obtenido y la superficie de adhesión, según la siguiente ecuación:

$$\text{MPa} = \text{N} \div (\square \cdot r^2)$$

Ecuación 2. Conversión de Newton a Mega Pascales

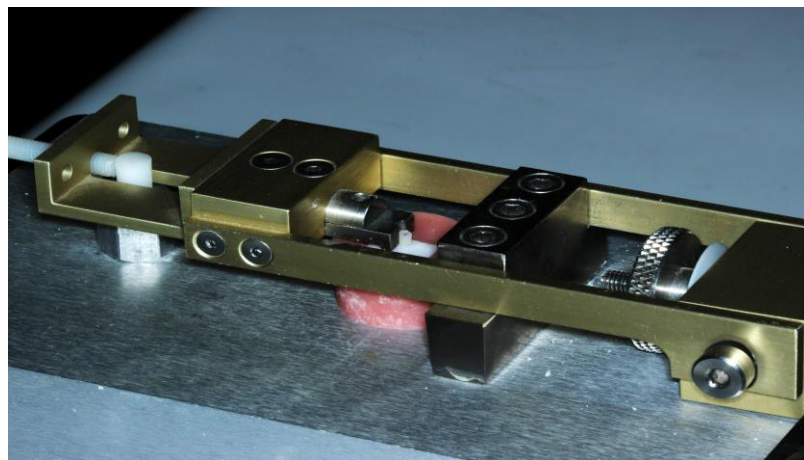


Imagen n°15. Prueba de cizallamiento de los cuerpos de prueba

La velocidad de la máquina (BISCO) fue de 1 mm/minuto.

k. Tabulación de datos.

Todos los datos obtenidos fueron recolectados en el software SPSS Statistics v24.0 (IBM).

l. Propuesta de análisis de datos.

En una primera etapa, se realizará el análisis estadístico descriptivo de cada grupo, reportando medias, medianas, desviación estándar, máximo y mínimo.

Luego, se comprobará la distribución normal de los datos por grupo, esto mediante los test Kolmogorov-Smirnov y Shapiro-Wilk, para posteriormente ser presentados en histogramas.

Una vez comprobado este aspecto, se dará paso al análisis inferencial. De evidenciar normalidad en la distribución, se aplicará el test ANOVA univariable con Fisher's como Post-hoc, de lo contrario, se aplicará el test Kruskal-Wallis con U de Mann-Whitney como Post-hoc.

VI. RESULTADOS

Los valores medios de tendencia central del test de cizallamiento sobre los cuerpos de prueba, correspondientes a Grupos I (ZPP), II (CFC), III (MBN) y IV (SP), son presentados a continuación en la siguiente tabla (n° 2) . Donde el Grupo I (ZPP) alcanzó los mayores valores medios y en contraparte, el grupo II (CFC) obtuvo los menores valores promedios. Por su parte, los valores de la mediana mantienen la misma tendencia ubicándose los valores más altos en el grupo I (ZPP) y los menores en el grupo II (CFC). Además, el valor máximo alcanzado en las pruebas fue en el grupo I (ZPP) 25 Mpa y el mínimo en el Grupo II (CFC) 11 Mpa.

Los rangos encontrados fueron de 20 en el Grupo I (ZPP), 7 en el Grupo II (CFC) y 16 en el Grupo III (MBN).

Estadística descriptiva				
	Grupo I (ZPP)	Grupo II (CFC)	Grupo III (MBN)	Grupo IV (SP)
Media	11,85	7,14	10,42	0
Mediana	12	7	9	0
Desviación est.	5,41	2,38	4,91	-
Máximo	25	11	21	0
Mínimo	5	4	5	0
n	14	14	14	14

Tabla n° 2. Valores estadísticos de tendencia central en Mpa de la resistencia adhesiva al cizallamiento de los diferentes tratamientos químicos de superficie (ZPP, CFC, MBN y SP)

Al relacionar los cuartiles con las medias y medianas de cada grupo, (ver gráfico nº 1) se observó que la media y mediana coinciden en el Grupo I (ZPP) y en el Grupo II (CFC), sin embargo, en el Grupo III (MBN) la media coincide con el límite entre los cuartiles 3 y 4, además, este grupo presenta 3 valores extremos que no se relacionan con el comportamiento ideal esperado.

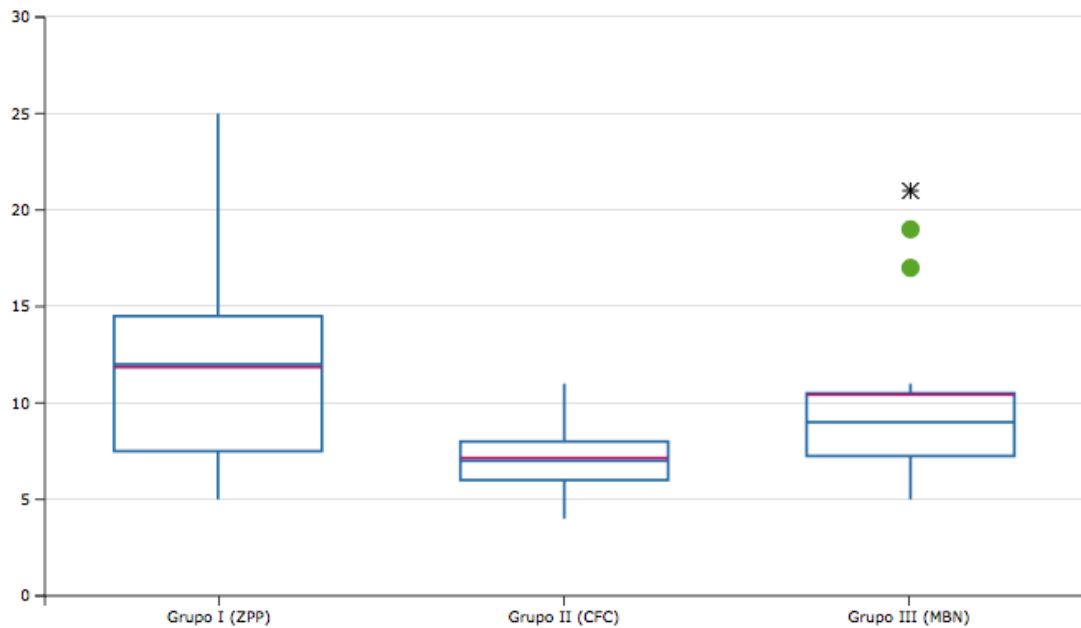


Gráfico nº 1. Gráfico de caja y bigote de los valores obtenidos en los grupos I (ZPP), II (CFC) y III (MBN)
En morado la media y en verde y asterisco los valores extremos.

Los datos obtenidos en las pruebas de los grupos tratados químicamente son organizados y presentados por cuartiles en los gráficos nº 2, nº 3 y nº 4. En estos se observa que las distribución de los datos en el grupo I (ZPP) mantiene

una distribución normal, al contrario de lo observado en el grupo III (MBN), este no se comportan de forma normal debido a la ausencia de datos organizados en el segundo cuartil.

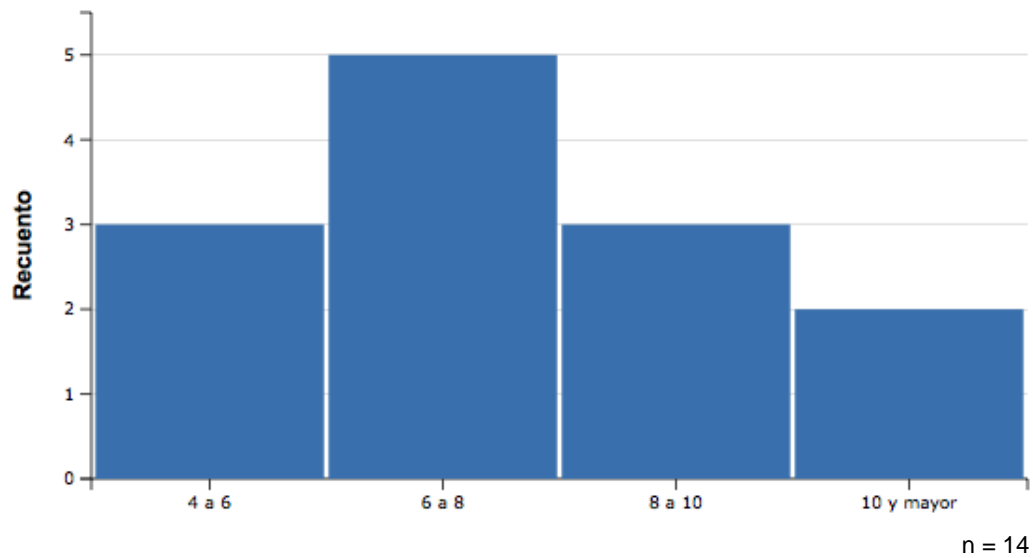


Gráfico nº2, Histograma Grupo I (ZPP)

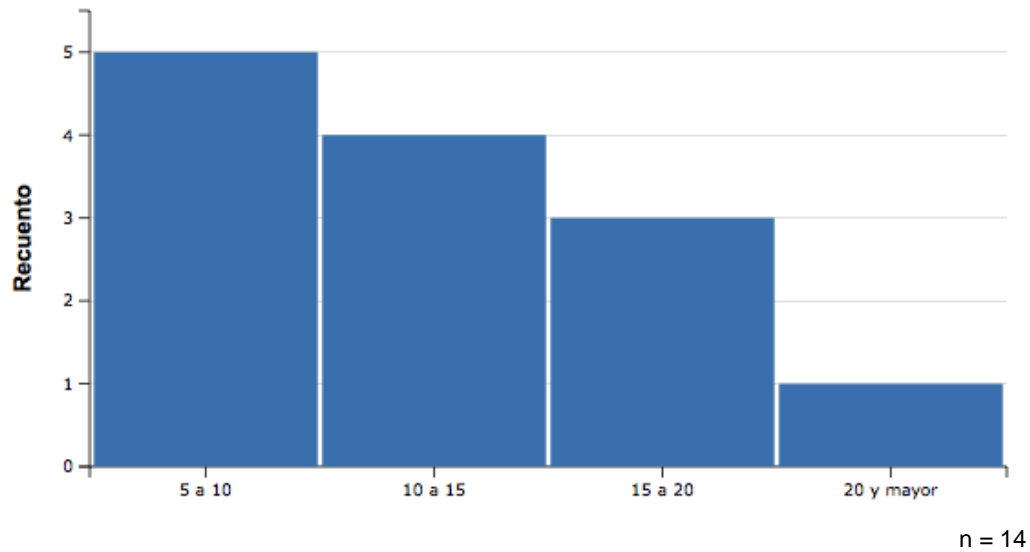
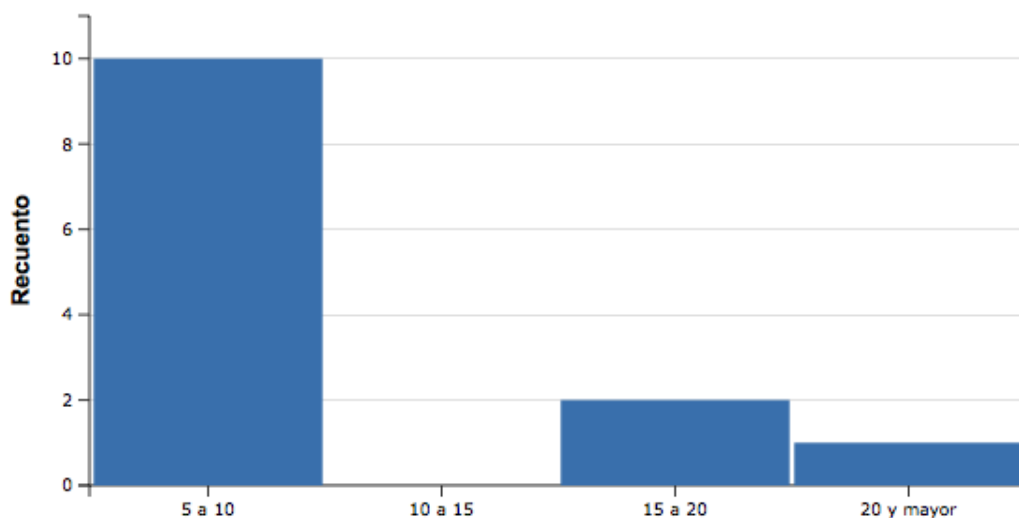


Gráfico nº 3, Histograma Grupo II (CFC)



n =14

Gráfico nº 4, Histograma Grupo III (MBN)

Al analizar si la distribución de los datos, dentro de cada grupo, se comportaba de forma normal, estos arrojaron que la significancia del test Kolmogorov-Smirnov era mayor a 0,05 en todos los grupos, sin embargo, la significancia del test Shapiro-Wilk en el grupo III (MBN), fue menor a 0,05, lo que indica que este no se ajustó a normalidad. ($p < 0,005$). Todos los datos de los Test de normalidad son presentados en la Tabla nº3.

Pruebas de normalidad				
Primer	Kolmogorov-Smirnov		Shapiro-Wilk	
	Estadístico	Sig.	Estadístico	Sig.
Grupo ZPP (n=14)	0,143	0,20	0,914	0,182
Grupo CFC (n=14)	0,125	0,20	0,941	0,425
Grupo MBN (n=14)	0,309	0,001	0,785	0,003

Tabla n° 3. Resultados de pruebas de normalidad

Debido a lo anterior, se aplicó entre los grupos la prueba no paramétrica Kruskal-Wallis.

Al incluir el grupo IV (SP) en el análisis, el tratamiento químico de superficie en todos los grupos con monómeros fosfatados promovió un aumento evidente en la fuerza adhesiva ($p = 0,007 \times 10^{-5}$). Sin embargo, debido a la presencia de media y mediana con valor 0 se decidió no incluir los datos del grupo IV (SP) al buscar las diferencias entre los otros grupos, con el fin de evitar confusiones en el análisis.

Al correr las pruebas en los grupos restantes, se obtuvo que las diferencias estadísticas entre los grupos aún se mantienen ($p < 0,05$). Al relacionar los rangos promedio (tabla n°4), el test arrojó un valor de significación asintótica de 0,02. Esto quiere decir que existen diferencias significativas entre los grupos,

pero este test no permite identificar en qué grupos se encuentran estas diferencias.

Prueba Kruskal-Wallis	
	Rango Promedio
Grupo ZPP	26,46
Grupo CFC	14,18
Grupo MBN	23,86
Sig. asintótica	0,02

Tabla nº4. Valores más relevantes del test no paramétrico Kruskal-Wallis (n=42)

Al analizar las diferencias entre cada grupo, relacionando rangos promedio (Tabla nº 5), el test arrojó un valor de significación asintótica menor de 0,009 entre el Grupo I (ZPP) y el Grupo II (CFC) y de 0,035 entre el Grupo II (CFC) y el Grupo III (MBN). Esto quiere decir que existen diferencias entre estos grupos, siendo estas mayores entre el Grupo I (ZPP) y Grupo II (CFC) que las diferencias encontradas en la segunda comparación. Por su parte, la significancia asintótica entre el Grupo I (ZPP) y el Grupo III (MBN) fue de 0,55, lo que demuestra semejanzas en los resultados de estos grupos.

Resistencia adhesiva al cizallamiento de diferentes primers cerámicos a óxido de zirconio.

Pruebas post-hoc U de Mann-Whitney		
	Rangos Promedios	Sig. asintótica
Grupos ZPP y CFC	A = 18,54 B = 10,46	0,009
Grupos CFC y MBN	B = 11,21 C = 17,79	0,035
Grupos ZPP y MBN	A = 15,43 C = 13,57	0,550

Tabla nº 5. Post-hoc de comparación estadística por grupos.

VII.DISCUSIÓN

El objetivo de este estudio fue comparar la resistencia adhesiva de tres agentes adhesivos a óxido de zirconio disponibles en el mercado, debido a esto, el diseño experimental fue pensado esencialmente con el fin de aislar la resistencia adhesiva en Mega Pascales como única variable. Los valores obtenidos de dicha experiencia indican que se rechaza la hipótesis nula ($p < 0,00001$), dado que las resistencias logradas en todos los grupos donde se utilizó un agente imprimante, fueron significativamente mayores que el control sin ellos. Los datos para inferir esto fueron obtenidos mediante fuerzas de cizallamiento, método cuestionado por quienes defienden las pruebas de tensión, pero que se encuentra ampliamente validado en la literatura por múltiples investigadores (9)(13)(19)(25). Su simpleza evita la enorme complejidad de la producción de los cuerpos de prueba necesarios para las pruebas de tracción, esto lo ha llevado a ser el principal test utilizado en la literatura entre los años 1990 y 2013 (26).

El sustento teórico para utilizar este test, se basa en las excelentes propiedades mecánicas del zirconio, las cuales permiten evitar fallas cohesivas del material al aplicar fuerzas de cizallamiento (15)(25). Lo anterior significa finalmente que la subestimación y mal interpretación de los resultados debido a la distribución irregular de las fuerzas (comúnmente atribuida a los test de cizallamiento) es eliminada.

La decisión de arenar todos los grupos, fue tomada debido a la amplia aceptación de que este procedimiento aumenta significativamente la resistencia adhesiva al ser combinado con agentes adhesivos a metal/zirconio (26)(27)(28)(29). El arenado no sólo es capaz de aumentar la energía superficial de la cerámica, sino que además induce un cambio en la superficie de la estructura tetragonal a monoclinica, la cual es acompañada de un aumento en la resistencia flexural del material.

A pesar de haber fabricantes que contraindican el arenado, ya que este pudiese influir negativamente en las propiedades de la cerámica de dióxido de zirconio modificada con itrio (Y-TZP), provocando microfisuras, y por lo tanto disminuyendo la resistencia mecánica y longevidad de Y-TZP (23), otros la indican, siempre y cuando se utilicen partículas de óxido de aluminio con un diámetro mayor a 50 micras (15)(28)(30), condición que este experimento cumple.

En cuanto al tratamiento químico de superficie, consiste en utilizar monómeros adhesivos con la capacidad de formar enlaces directamente con la superficie de la cerámica libre de sílice. Estos monómeros adhesivos están presentes en los imprimantes metal/zirconia (MDP, BPDM, 4-META y MEPS, entre otros).

Estos monómeros (también llamados organofosfatados o monómeros ácido fosfatados), son capaces de reaccionar con grupos óxidos presentes en la

superficie de la cerámica y al mismo tiempo, mantener el grupo organofuncional libre (generalmente del grupo metacrilato), pudiendo co polimerizar con las moléculas de resinas compuestas, generando una interfase adhesiva no solo entre el agente adhesivo y el sustrato cerámico, sino que además, formando enlaces covalentes hacia los agentes cementantes basados en Bis-GMA (18). Es gracias a esta unión química mediante la aplicación de monómeros fosfatados que se genera entre el zirconio y la resina que seleccionamos tres primers disponibles en el mercado para evaluar su unión a zirconio. Los enlaces obtenidos son altamente deseados debido a que logran una mayor fuerza de atracción que las interacciones tipo puentes de hidrógeno o fuerzas de Van der Waals, características de las retenciones micromecánicas. (100-600 kJ/mol versus 12–33 kJ/mol respectivamente).

Los botones de resina que requiere la prueba fueron confeccionados con resina fluida ENA HRi, estas fueron elegidas en un intento de simplificar y acortar los tiempos clínicos involucrados en utilizar resinas termoplastificadas, técnica que ha arrojado los mayores valores reportados en la literatura al ser combinados con los agentes adhesivos (15). Sin embargo, la diferencia en el porcentaje de relleno entre ambas resinas, explicaría los valores medios más bajos al ser comparados con los reportados por otros investigadores (7)(17)(22).

Esta diferencia en el relleno y fluidez, también explica porqué el grupo SP no alcanzó valores contrastables, mientras que estudios que utilizaron cementos

resinosos termoplastificables alcanzaron cifras cercanas a los 5 Mpa al no utilizar agentes imprimantes (19). A su vez, la ausencia de valores es considerada por el equipo investigador como la mayor limitación del estudio.

La resistencia adhesiva lograda mediante los tres primers utilizados, demuestra que los agentes imprimantes son compatibles con las resinas convencionales basadas en Bis-GMA (31). Esto abre la puerta a futuras investigaciones en las más diversas aplicaciones clínicas, como la reparación en sillón mediante resinas compuestas convencionales de fallas por fracturas en las cerámicas de recubrimiento en restauraciones con casquetes metálicos y de zirconio, que dicho sea de paso, es la causa más común de fallas en este tipo de cerámicas (1).

Al comparar los datos entre los grupos, se evidenciaron diferencias entre los agentes imprimantes utilizados en Grupo II (CFC) con Grupo I (ZPP) y entre Grupo II (CFC) con Grupo III (MBN), siendo el Grupo II (CFC) el cual obtuvo los valores medios más bajos después del control ($7,14 \pm 2,3$ MPa). Estas diferencias pueden ser explicadas por la presencia de monómeros de ácido carboxílico (Biphenyl dimethacrylate, BPMD) en el agente adhesivo del Grupo I (ZPP), donde el BPMD estaría cooperando a generar enlaces entre el zirconio y la resina mediante tres grupos funcionales disponibles en la molécula con afinidad química a la superficie inorgánica de la cerámica (13). Además de la presencia de HEMA, el que corresponde a un monómero de bajo peso molecular

y que se utiliza en muchos adhesivos por su influencia positiva en la fuerza adhesiva (32). Considerando esto, el agente adhesivo del Grupo I (ZPP) posee al menos dos materiales reactivos a la superficie oxidada de la cerámica de zirconio (BPMD y MDP) y un tercer agente que favorece la adhesión (HEMA).

En cuanto al comportamiento del Grupo III (MBN), el cual obtuvo resultados similares al Grupo I (ZPP), se podría explicar su diferencia con el Grupo II (CFC) por la variación en las concentraciones del solvente etílico (> 50% contra > 80% respectivamente). Lo anterior, comprometería la concentración final en solución de los monómeros 10- metacriloidecil dihidrógeno fosfato (10-MDP) y 3- metacrilohipropil trimetoxi silano (3-MPS), debido a que la concentración de MDP ha sido relacionada con los valores finales de cizallamiento (SBS), se puede explicar en parte las diferencias obtenidas. Además, en el Grupo III (MBN), por la presencia de monómeros adhesivos a aleaciones preciosas, los cuales no debieran reaccionar ni interactuar con la superficie del zirconio, podrían estar interactuando negativamente en la formación de la microcapa de MDP (33). Es por esto que se sugieren futuras investigaciones que expliquen este fenómeno.

Es importante mencionar que 3-MPS, presente en grupo II (CFC) y grupo III (MBN), es responsable de la unión química a cerámicas ricas en sílice, lo cual si bien no es el caso de esta experimentación, podría ser beneficioso para la adhesión por sus eficientes capacidades de humectación (23)(34).

Por último, es de interés comentar los valores extremos encontrados en los grupos I (ZPP) y III (MBN). Estos se asemejan a los valores medios reportados en la literatura y probablemente estén relacionados con el procedimiento de arenado, el cual fue realizado con una angulación aleatoria y no perpendicular como se reporta en muchos estudios. Autores han investigado la influencia de la distancia e inclinación de la abrasión con partículas de óxido de aluminio, observando que mientras más perpendicular sea la abrasión, no variando la distancia de su aplicación se genera una mayor rugosidad en la superficie de la cerámica, siendo los valores más altos a una angulación de 75° a 90° (36). Por lo tanto, se sugiere un método con una calibración más exacta en futuros estudios.

VIII. CONCLUSIÓN

1. La resistencia adhesiva media de los primers cerámicos utilizados fueron de $11,85 \pm 5,4$ MPa en el Grupo I (ZPP); $7,14 \pm 2,3$ MPa para el Grupo II (CFC) y de $10,42 \pm 4,9$ MPa en el Grupo III (MBN).
2. El Grupo I (ZPP) y el Grupo III (MBN) obtuvieron mayores resistencias adhesivas medias que el Grupo II (CFC) ($p < 0,05$).
3. Las mayores resistencias adhesivas promedio fueron logradas por el Grupo I (ZPP), sin embargo, no se observó diferencia estadística en la obtenida por el Grupo III (MBN).
4. Los agentes imprimantes con monómeros organofosfatados en su composición, fueron capaces de generar una resistencia adhesiva entre el sustrato cerámico y el agente cementante que fue mayor en todos los casos al ser comparados con el grupo control ($p < 0,01$).
5. Los monómeros fosfatados utilizados en esta investigación son compatibles con los sistemas de resina compuesta convencionales.
6. Con la consistente evidencia encontrada en este y otras investigaciones similares, podemos establecer que el protocolo de cementación más confiable en la actualidad involucra un pretratamiento físico de superficie con arenado de partículas de óxido de aluminio (diámetro mayor a 50 micras), y un tratamiento químico de superficie con monómeros organofosfatados como el MDP.

7. La prueba de resistencia mecánica al cizallamiento es un test válido y confiable para la determinación de las resistencias adhesivas a zirconio por sobre las pruebas de tracción, debido a la elevada complejidad de técnica de estas últimas.

IX. BIBLIOGRAFÍA

1. Bona, A. D., Pecho, O. E., & Alessandretti, R. (2015). Zirconia as a Dental Biomaterial. *Materials* (1996-1944), 8(8), 4978-4991. doi:10.3390/ma8084978
2. Andrade A., Garcia E., Moura S., et al. (2012), *Do the Microshear Test Variables Affect the Bond Strength Values?*, International Journal of Dentistry, vol. 2012, Article ID 618960, 6 pages
3. Thompson, J. Y., Stoner, B. R., Piascik, J. R., & Smith, R. (2011). Adhesion/cementation to zirconia and other non-silicate ceramics: Where are we now?. *Dental Materials*, 2771-82. doi:10.1016/j.dental.2010.10.022
4. de Souza, G., Hennig, D., Aggarwal, A., & Tam, L. E. (2014). The use of MDP-based materials for bonding to zirconia. *The Journal Of Prosthetic Dentistry*, 112895-902. doi:10.1016/j.prosdent.2014.01.016
5. Mallat E, Cadafalch J, De Miguel J. (2016) *.Las claves de prótesis fija en óxido de zirconio*. España: Ernest Mallat Callís

6. Diana M., E. P., & Herney, G. R. (2013). Cementación de estructuras para prótesis parcial fija en zirconia. *Revista Facultad De Odontología Universidad De Antioquia*, 2013 (2), 321.
7. Zhao L., Jian YT., Wang XD., Zhao K (2016) *Bond strength of primer/cement systems to zirconia subjected to artificial aging*. J Prosthet Dent. 2016 Jun 14. pii: S0022-3913(16)30059-2
8. Batista B, Miyashita E, Gomes de Oliveira G. (2014) *Rehabilitación Oral: Previsibilidad y Longevidad*. Caracas: Amolca.
9. Tanış M. Ç., Akay, C., & Karakış, D. (2015). Resin cementation of zirconia ceramics with different bonding agents. *Biotechnology, Biotechnological Equipment*, 29(2), 363-367.
10. Gomes, A. L., Castillo-Oyagüe, R., Lynch, C. D., Montero, J., & Albaladejo, A. (2013). Influence of sandblasting granulometry and resin cement composition on microtensile bond strength to zirconia ceramic for dental prosthetic frameworks. *Journal Of Dentistry*, 4131-41. doi:10.1016/j.jdent.2012.09.013

11. Tanış, M., Akçaboy, C. (2015) *Effects of Different Surface Treatment Methods and MDP Monomer on Resin Cementation of Zirconia Ceramics an In Vitro Study*. J Lasers Med Sci 2015 Autumn;6(4):174-181
12. Yang B, Barloi A, Kern M. (2010) *Influence of air-abrasion on zirconia ceramic bonding using an adhesive composite resin*. Dent Mater. 2010 Jan;26(1):44-50
13. Łagodzińska P, Bociong K, Dejak B. (2014) *Influence of Primers' Chemical Composition on Shear Bond Strength of Resin Cement to Zirconia Ceramic*. Polim Med. 2014 Jan-Mar; 44 (1):13-20.
14. Yun, J., Ha, S., Lee, J., & Kim, S. (2010). *Effect of sandblasting and various metal primers on the shear bond strength of resin cement to Y-TZP ceramic*. *Dental Materials*, 26:650-658. doi:10.1016/j.dental.2010.03.008
15. Magne P, Paranhos MP, Burnett LH Jr. (2010) *New zirconia primer improves bond strength of resin based cements*. Dent Mater. 2010 Apr;26(4):345-52

16. Gargari M, Gloria F, Napoli E, Pujia. (2010) *Zirconia: cementation of prosthetic restorations. Literature review*. ORAL & Implantology 2010 - Anno III - N. 4: 25-29
17. Ana P, Ruxandra S. (2011) *Adhesive cementation protocol of zirconia restorations*. Rom J Oral Rehabil. 2011;3 (3):114-119
18. Amaral, M. , Belli, R., Cesar, P., Valandro, L., Petschelt, A., Lohbauer, U. (2013) *The potential of novel primers and universal adhesives to bond to zirconia*. J Dent, Jan;42(1):90-8
19. Cheung GC, Botelho MG, Matinlinna JP. (2014) *Effect of Surface Treatments of Zirconia Ceramics on the Bond Strength to Resin Cement*. J Adhes Dent. 2014 Feb;16(1):49-56
20. Kim GH., Park SW., Lee K., Oh GJ., Lim HP. (2015) *Shear bond strength between resin cement and colored zirconia made with metal chlorides*. J Prosthet Dent. 2015 Jun;113(6):603-8
21. Ahn JS., Yi YA., Lee Y., Seo DG. (2015) *Shear Bond Strength of MDP-Containing Self-Adhesive Resin Cement and Y-TZP Ceramics: Effect of*

Phosphate Monomer-Containing Primers. Biomed Res Int.
2015;2015:389234

22. Perdiga J, Fernandes SD, Pinto AM, Oliveira FA. (2013) *Effect of Artificial Aging and Surface Treatment on Bond Strengths to Dental Zirconia.* Operative Dentistry, 2013, 38-2, 168-176
23. Inokoshi, M., Poitevin, A, De Munck J., Minakuchi S., Van Meerbeek B. (2014) *Bonding effectiveness to different chemically pre-treated dental zirconia.* Clin Oral Investig. 2014 Sep;18(7):1803-12
24. Mirmohammadi H, Aboushelib M, Salameh Z, Feilzer A, Kleverlaan C. (2010) *Innovations in bonding to zirconia based ceramics: Part III. Phosphate monomer resin cements.* Dent Mater. 2010 Aug;26(8):786-92
25. Valandro L, Özcan M, Amaral R, Vanderlei A, Bottino M. (2008) *Effect of testing methods on the bond strength of resin to zirconia-alumina ceramic: microtensile versus shear test.* Dental Materials Journal 2008; 27(6): 849

26. Inokoshi, M., De Munck, J., Minakuchi, S., & Van Meerbeek, B. (2014). Meta-analysis of bonding effectiveness to zirconia ceramics. *Journal Of Dental Research*, 93(4), 329-334.
27. Kern, M. (2015). Bonding to oxide ceramics—Laboratory testing versus clinical outcome. *Dental Materials*, 318-14. doi:10.1016/j.dental.2014.06.007
28. Özcan, M., & Bernasconi, M. (2015). Adhesion to Zirconia Used for Dental Restorations: A Systematic Review and Meta-Analysis. *Journal Of Adhesive Dentistry*, 17(1), 7. doi:10.3290/j.jad.a33525
29. Zandparsa, R., Talua, N. A., Finkelman, M. D., & Schaus, S. E. (2014). An in vitro comparison of shear bond strength of zirconia to enamel using different surface treatments. *Journal Of Prosthodontics: Official Journal Of The American College Of Prosthodontists*, 23(2), 117-123. doi:10.1111/jopr.12075
30. Bielen, V., Inokoshi, M., De Munck, J., Fei, Z., Vanmeensel, K., Minakuchi, S., & ... Van Meerbeek, B. (2015). Bonding Effectiveness to Differently

Sandblasted Dental Zirconia. *Journal Of Adhesive Dentistry*, 17(3), 235.
doi:10.3290/j.jad.a34401

31. Carpena Lopes, G., Spohr, A. M., & De Souza, G. M. (2016). Different Strategies to Bond Bis-GMA–based Resin Cement to Zirconia. *Journal Of Adhesive Dentistry*, 18(3), 239. doi:10.3290/j.jad.a36137
32. Chen, C., Haifeng, X., Xin, S., Burrow, M. F., Gang, C., & Feimin, Z. (2014). Evaluation of a Commercial Primer for Bonding of Zirconia to Two Different Resin Composite Cements. *Journal Of Adhesive Dentistry*, 16(2), 169. doi:10.3290/j.jad.a31809
33. Yoshida, Y., Yoshihara, K., Hayakawa, S., Nagaoka, N., Okihara, T., Matsumoto, T., & ... Van Meerbeek, B. (2012). HEMA Inhibits Interfacial Nano-layering of the Functional Monomer MDP. *Journal Of Dental Research*, 91(11), 1060-1065. doi:10.1177/0022034512460396
34. Chen, L., Shen, H., & Suh, B. I. (2013). Effect of incorporating BisGMA resin on the bonding properties of silane and zirconia primers. *The Journal Of Prosthetic Dentistry*, 110402-407. doi:10.1016/j.prosdent.2013.04.005

35. Al-Harbi F., Ayad N., Khan Z., Mahrous A., Morgano S. (2016) *In vitro shear bond strength of Y-TZP ceramics to different core materials with the use of three primer/resin cement systems*. J Prosthet Dent. 2016 Jan;115(1):84-9
36. Ho, B. J., Tsoi, J. K., Liu, D., Lung, C. Y., Wong, H., & Matinlinna, J. P. (2015). Effects of sandblasting distance and angles on resin cement bonding to zirconia and titanium. *International Journal Of Adhesion And Adhesives*, 6225-31. doi:10.1016/j.ijadhadh.2015.06.009

X. ANEXOS

Anexo 1:



IMPLICANCIAS ÉTICAS:

El equipo involucrado en esta investigación declara no mantener ninguna relación de tipo personal o comercial con las empresas que proveen los productos involucrados. En consecuencia no existe conflicto de interés que pudieran conducir a sesgo, por lo tanto, la investigación se realizó con total independencia.

Anexo 2: Resultados en Megapascuales de los grupos al cizallamiento

Grupo ZPP	Grupo CFC	Grupo MBN	Grupo SP
7,19655	10,20515	11,57707	0
5,8487	4,95816	9,2424	0
9,33867	6,13753	9,91632	0
13,23781	4,95816	7,96675	0
9,72377	8,56847	5,94498	0
15,21145	6,90773	7,26876	0
12,44354	7,87048	17,52205	0
17,61832	8,37592	8,4722	0
25,29625	8,66475	8,76102	0
12,15472	7,29283	9,72377	0
12,53982	4,86189	7,96675	0
17,20915	6,33008	9,33867	0
6,90773	11,86589	19,95299	0
7,19655	11,19197	21,87849	0